

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

Russian Federation Patent No. RU 2041298 C1

---

Job No.: 1035-88751

Ref.: RU 2041298

Translated from Russian by the Ralph McElroy Translation Company  
910 West Avenue, Austin, Texas 78701 USA

## RUSSIAN FEDERATION

Committee of the Russian Federation  
on Matters of Inventions and Discoveries

Description of Invention  
for Inventor's Certificate of RU 2041298 C1

Int. Cl. <sup>6</sup> :	C 30 B 23/00, 29/12
Filing No.:	93041471/26
Filing Date:	August 17, 1993
Publication Date:	August 9, 1995 Patent Bulletin No. 22

## METHOD OF GROWING CRYSTALS FROM THE VAPOR PHASE

[Sposob vyrashchivaniya kristallov iz parovoi fazy]

Inventors:	E. A. Garibin I. B. Gusev O. A. Ivanova I. A. Mironov A. N. Smirnov
Applicants/Patent Holder:	Inkrom, Inc.
References:	U. S. Patent No. 3649552, Cl. 252-301, 4, 1972. USSR Inventor's Certificate No. 180562, Cl. C 30B 23/00, 1966.  USSR Inventor's Certificate No. 1678920, Cl. C 30B 23/02, 1991.

## [Abstract]

The invention relates to technology for producing optical materials that are transparent in the ultraviolet, visible and infrared regions of the spectrum, namely highly pure solid crystals of fluorides of alkaline earth and rare earth metals, in particular magnesium fluoride. The method includes heating the starting materials, vacuum evaporation of it at a temperature of 1200-1300°C with a precipitation rate of the basic crystalline material of 0.6-2.4 mm/h on a substrate heated to 1100-1180°C, which is made of an amorphous material, for example carbon fiber

fabric. The resulting single crystals of magnesium fluoride are oriented in the plane, have improved strength and radiation resistance. 2 dependent claims, 2 illustrations, 1 table.

The invention relates to the technology for production of optical materials that are transparent in the ultraviolet (UV), visible and infrared (IR) regions of the spectrum, namely for production of highly pure solid crystals of fluorides of alkaline earth and rare earth metals, in particular magnesium fluoride ( $\text{MgF}_2$ ).

The following demands are made on optical crystalline materials:

high transmittance in the UV, visible and IR regions of the spectrum;

high mechanical strength;

high resistance to electromagnetic and  $\gamma$ -radiation;

specified orientation of individual regions of the crystalline materials.

There is a known method of growing crystals of alkaline earth and rare earth fluorides that involves heating the starting materials – a highly pure powder, for example magnesium fluoride – to a temperature above the melting point of the given material. A constant flow of hydrogen fluoride is created in the furnace. The crucible containing the melt is slowly advanced at a controlled speed through the field of the maximum temperature gradient into the crystallization zone. Single-crystal  $\text{MgF}_2$  obtained by this method has high transmittance in the UV, visible and IR regions of the spectrum. In connection with the presence of the large temperature gradient in the growth zone – on the order of  $400^\circ\text{C}$ , the blanks come out in block shape with arbitrary orientation and are not uniform with regard to stresses within the material. In addition, in the course of growing them nonvolatile impurities are not removed and become unevenly distributed in the direction of crystal growth. This leads to a crystal with insufficient radiation resistance.

There is a known method of purifying fluorides by sublimation of starting material heated in a platinum crucible in a stream of dry hydrogen fluoride. This method does not provide for the production of pure fluorides as more uniform single crystals, since oxygen-containing compounds are subject to fluorination and precipitate in the growth zone. The method is not applicable for the production of  $\text{MgF}_2$  with a high growth rate.

Closest to the disclosed invention with regard to technological process and totality of important characteristics is a method for producing an optical element that includes deposition of precalcined zinc sulfide onto a heated substrate by means of vacuum evaporation. The evaporation is carried out at a rate of 0.02-0.10 mm/h at an evaporation temperature of 1000-1080 $^\circ\text{C}$  and a substrate temperature of 650-850 $^\circ\text{C}$ . The substrate is made of polycrystalline zinc selenide. A structural optical element in the form of a disk with a protective layer of zinc sulfide that has high reliability in protecting the elements under unfavorable weather conditions is obtained by this method.

The described technological process does not allow a single crystal element of fluorides of alkaline earth metals, in particular  $\text{MgF}_2$ , to be obtained because of the presence of large temperature gradient (up to  $350^\circ\text{C}$ ).

The task of the invention is the possibility of producing magnesium fluoride single crystals with improved strength and radiation resistance and also a crystal that is oriented in the plane.

This task is solved with the aid of a method that consists of heating the starting material, vacuum evaporation of it at a controlled rate onto a heated substrate, and in which, in contrast to the prototype, powdered or crystalline magnesium fluoride is used as the starting material, evaporation is carried out at an evaporation temperature of  $1200\text{--}1300^\circ\text{C}$  at a rate of deposition of the basic crystalline substance (crystal growth) of  $0.6\text{--}2.4\text{ mm/h}$  onto the substrate heated to  $1100\text{--}1180^\circ\text{C}$ . In this case it is expedient to use a substrate of an amorphous material. Such a material can be a carbon fiber fabric.

Also possible is a solution to this task using a substrate of the same crystalline material as the crystal being grown, with the specified orientation. However, making the substrate of an amorphous material is simpler and cheaper. Such material can be a ceramic ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) or amorphous metal.

With this method one obtains high strength and radiation-resistant material owing to the creation of a defect-free structure containing significantly pure impurities, in particular oxides, fluorides, carbides, etc. Purification of the basic substance is achieved owing to the elimination of impurities that have different degrees of volatility, since the basic substance has a greater degree of volatility than these impurities do.

The resulting single crystal has orientation in the (110) plane perpendicular to the axis of growth, which is achieved by the realization of crystal orientation that is highly favorable for the standpoint of energy with precipitation of the substance from the vapor in a low temperature gradient zone ( $\Delta T > 20\text{--}200^\circ\text{C}$ ) and also the use of a substrate of amorphous material. The amorphous material does not interact with the magnesium fluoride, does not have an energy effect on the growing crystal, since long-range-order forces are absent.

The cleavage plane of the single crystal is perpendicular to the substrate, which from the standpoint of energy is very advantageous for orientation of the crystal relative to the substrate.

This temperature regime is optimum for the production of single crystals of magnesium fluoride with high optical quality that are oriented in the (110) plane. The rate of condensation is selected and controlled experimentally. The temperature regimes are chosen by experimental means with the aid of the construction of a container corresponding to the setting of the heater, shields, and thermocouples. Here the substrate can be arranged both in direct proximity to the supplied starting material and at a maximum distance from it that is equal to 2.5 diameters of the

container, which supports the necessary temperature gradient. However, this distance should not exceed this maximum, since otherwise this will lead to contamination of the basic substance from the walls of the container.

Figure 1 shows a general view of an evaporation-precipitation unit, which consists of container 1 with cover 2, under which substrate 4 is affixed with the aid of clamp ring 3. Single crystal 5 forms on substrate 4. The starting material 6 is placed at the bottom of container 1, coaxial to which in the direct proximity of its walls is situated heater 7. Shields 8 surround container 1 with heater 7. On the outside of the bottom of container 1 there is a thermocouple 9 for heating the starting material 6, and near substrate 5 and the wall of the container 1 is a thermocouple 10 for heating the substrate 4.

Figure 2 represents the dependence of the transmittance of single-crystal  $\text{MgF}_2$  on wavelength for different doses of  $\gamma$ -radiation. Curves (a) and (b) are characteristics of the single crystal obtained by the proposed method at irradiation of  $1.1 \times 10^5$  Gy and  $5.1 \times 10^5$  Gy, respectively, while curves (c) and (d) are characteristics of a single crystal obtained by growing it from the melt for the same  $\gamma$ -radiation values, respectively.

The proposed method of producing  $\text{MgF}_2$  single crystals is carried out in the following way. Fragments of magnesium fluoride obtained from the melt are charged into quasi-closed container 1 with cover 2, which is made of graphite and covered with a layer of pyrocarbon. Substrate 4 of amorphous material, for example carbon fiber fabric, is positioned in the vicinity of cover 2 within the container with the aid of clamp ring 3, which is made of a neutral material, for example graphite. The thickness of the cloth is 0.8-15 mm, with thread thickness of 0.5-

1 mm. The cloth that is chosen is pyrographitized cloth, type PGT. The specified temperature gradient is created by placing the container in the corresponding region of the formed temperature field by choosing the design of heater 7 and shield 8. The assembly is placed in a sealed chamber, in which a vacuum is created with the aid of prevacuum pumps and diffusion oil pumps. At room temperature a residual gas pressure  $P=0.1$  Pa was achieved in the unit while at the evaporation temperature the vacuum was on the order of 1-10 Pa. The temperature regime is created with the aid of two thermocouples 9 and 10, which are respectively situated around the starting material 6 and substrate 4. Heating begins when the pressure  $P=0.1$  Pa is reached and continues for 8 to 12 hours. The length of the evaporation process is 8 to 24 hours. At the optimum deposition rate of 0.6-2.4 mm/h a compact disk of  $\text{MgF}_2$  single crystal 8-25 mm thick is obtained. When 1.5 kg crystal fragments of starting material were charged, a single-crystal disk 100 mm in diameter in 10 mm thick was obtained.

The appearance of the single crystal is a disk 100 mm in diameter and 10 mm thick with the following characteristics: density  $3.18 \text{ g/cm}^3$ ; microhardness 3.7 GPa; bending strength

55.5 MPa; crack resistance ( $K_{Ic}$ )  $0.918 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ , which confirms the high quality of the resulting  $\text{MgF}_2$  single crystal.

The results of specific conditions are summarized in the table. Of the examples in the table the following are nonoptimum: No. 1 – the evaporation and deposition temperatures are insufficient to obtain a stable product; Nos. 5 and 6 – the evaporation temperature exceeds the disclosed regime at the maximum temperature of the substrate and exceeds this level, which leads to deposition of coarse-block materials with disrupted orientation in individual regions;

No. 7 – analog – crystals that are randomly oriented relative to the axis of growth obtained from the melt and have less strength and less radiation resistance, which is particularly noticeable from the coefficient from the transmittance in the 220-280  $\mu\text{m}$  region (see Figure 2). Crystals obtained under the optimum regime in accordance with the disclosed method (Examples 2-4) have higher strength and radiation resistance and are strictly oriented perpendicular to the axis of growth.

Properties were measured in correspondence with generally accepted techniques. The radiation resistance was determined by measuring  $\tau$  of samples after irradiation with  $^{60}\text{Co}$   $\gamma$ -radiation for 6-24 h. Transmittance coefficients of the materials were determined with the aid of SF-26 and IKF-20 spectrophotometers. Microhardness and crack resistance were determined on a PMT-3 microhardness gauge. The microhardness was determined at a load of 1N, and a crack resistance at 5.6N. Bending strength was tested by four point bending on an Instron universal test machine. Samples for testing were made in the form of parallelepipeds. The density of the samples was determined by hydrostatic weighing in toluene.

### Claims

1. A method of growing crystals from the vapor phase, which includes heating the starting material, vacuum evaporation of it at a controlled rate onto a heated substrate, which is distinguished by the fact as the starting material one uses a powder or broken crystals of magnesium fluoride, the evaporation is carried out in an evaporation temperature of 1200-1300°C with a rate of deposition of the basic crystal material of 0.6-2.4 mm/h onto substrate heated to 1100-1180°C.

2. A method as in Claim 1, which is distinguished by the fact that deposition of the basic crystalline substance takes place onto a substrate made of an amorphous material.

3. A method as in Claim 2, which is distinguished by the fact that deposition of the basic crystalline substance takes place onto a substrate made in the form of a segment of cloth of carbon fiber.

Номер образца ①	t исп., °C ②	t роста, °C подложки ③	Скорость осаждения, мм/ч (массовая скорость, г/ч) ④	Структура, средний размер зерна, мм (ориентация параллельно подложке) ⑤	Прочность на изгиб МПа (ориентация плоскости) ⑥	Пропускание после облучения ⑦ (d = 3 мм)	
						$1.1 \cdot 10^5$ Сг ⑫	$5.1 \cdot 10^5$ Сг
1	1100	1000	0.0008(0.02)	Полнокристаллическая (9)	- 0.8 (-)	0	0
2	1200	1100	0.6(15)	Монокристаллическая (110)	5.50 (110)	25	20
3	1250	1150	1.2(30)	Монокристаллическая (110)	6.53 (110)	63	55
4	1300	1150	2.4(50)	Монокристаллическая (110)	6.50 (110)	60	50
5	1350	1150	7.8(180)	Крупноблочная монокристаллическая (11)	6.00 - (110)	60	50
6	1350	1230	6.0(150)	Крупноблочная монокристаллическая (11)	5.50 - (110)	60	50
7	Монокристаллическая из расплава (8)	1420	(2-12)	Монокристаллическая (-)	5.14 (110)	39	32

- Key:
- 1 Sample No.
  - 2 Evaporation temperature, °C
  - 3 Growth temperature, °C of substrate
  - 4 Rate of deposition, mm/h (mass transfer, g/h)
  - 5 Structure, average size, grain, mm (orientation parallel to substrate)
  - 6 Bending strength, MPa (orientation to plane)
  - 7 Transmittance after irradiation (d = 3 mm)
  - 8 Single crystal from milk
  - 9 Polycrystalline
  - 10 Single crystal
  - 11 Coarse-block, single-crystal
  - 12 Gy

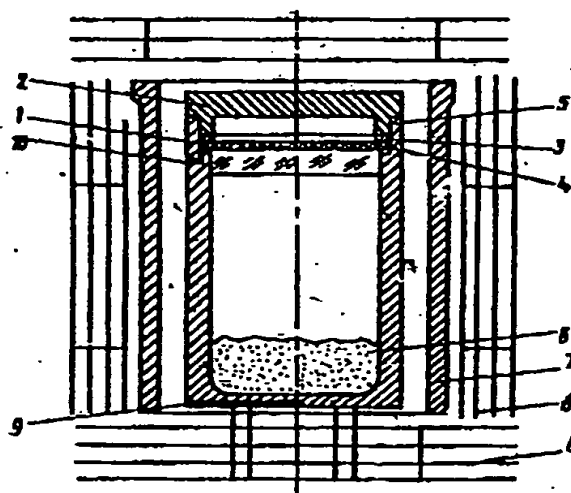


Figure 1



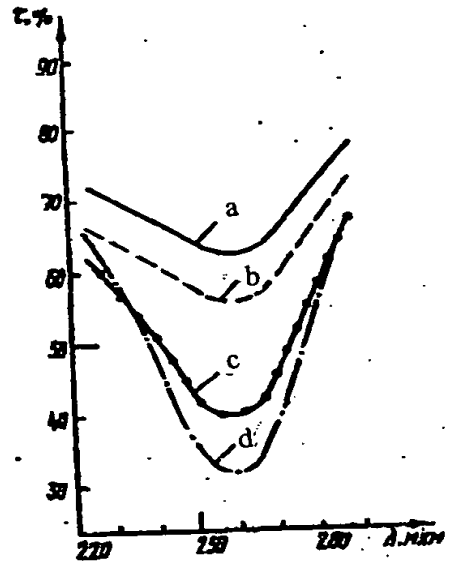


Figure 2

Key: 1  $\lambda, \mu m$



(19) **RU** (11) **2041298** (13) **С1**  
(51) **6 С 30 В 23/00, 29/12**

Комитет Российской Федерации  
по патентам и товарным знакам

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ к патенту Российской Федерации

1

(21) 93041471/26  
(22) 17.08.93  
(46) 09.08.95 Бюл. № 22  
(71) Акционерное общество "Искром"  
(72) Гарибин ЕА; Гусев ИБ; Иванова ОА; Миро-  
нов ИА; Смирнов АН  
(73) Акционерное общество "Искром"  
(56) Патент США N 3649552, кл. 252-301. 4,  
1972  
Авторское свидетельство СССР N 180562,  
кл. С 30В 23/00, 1968  
Авторское свидетельство СССР N 1678920,  
кл. С 30В 23/02, 1991.  
(54) СПОСОБ ВЫРАЩИВАНИЯ КРИСТАЛЛОВ  
ИЗ ПАРОВОЙ ФАЗЫ  
(57) Изобретение относится к технологии полу-

2

чения оптических материалов, прозрачных в ультрафиолетовой, видимой и инфракрасной областях спектра, а именно особочистых твердых кристаллов фторидов щелочноземельных и редкоземельных металлов, в частности фторида магния. Способ включает нагрев исходного материала, его вакуумное испарение при температуре 1200 – 1300°C со скоростью осаждения окисленного кристаллического вещества 0,6 – 24 мм/ч на подложку, нагретой до 1100 – 1180°C, которая выполнена из аморфного материала, например ткани из углеродного волокна. Полученные данным способом монокристаллы фторида магния ориентированы в плоскости, обладают повышенными прочностью и радиационной стойкостью. 2 зл. ф-лы, 2 ил, 1 табл.

RU

2041298

С1



Изобретение относится к технологии получения оптических материалов, прозрачных в ультрафиолетовой (УФ) видимой и инфракрасной (ИК) областях спектра, а именно к получению особо чистых твердых кристаллов фторидов щелочноземельных и редкоземельных металлов, в частности фторида магния ( $MgF_2$ ).

К оптическим кристаллическим материалам предъявляются следующие требования:

- высокое пропускание в УФ-, видимой и ИК-областях спектра;
- высокая механическая прочность;
- высокая устойчивость к электромагнитному и излучению;
- заданная ориентация отдельных участков кристаллических образцов.

Известен способ выращивания кристаллов щелочноземельных и редкоземельных фторидов, включающий нагрев исходного материала — высокочистого порошка, например фторида магния, до температуры, выше температуры плавления данного материала. В печи создают постоянный поток фтористого водорода. Тигель с расплавом медленно продвигают с контролируемой скоростью через область максимального градиента температур в зону кристаллизации. Монокристаллический  $MgF_2$ , полученный данным способом, обладает высоким пропусканием: в УФ-, видимой и ИК-областях спектра. В связи с наличием большого температурного градиента в зоне роста — порядка  $400^\circ C$  заготовки получают блочными с произвольной ориентацией и неоднородными по напряжениям внутри материала. Кроме того, в ходе выращивания не удаляются труднолетучие примеси, которые неравномерно распределяются по направлению роста кристалла. Это приводит к недостаточной радиационной стойкости кристалла.

Известен способ очистки фторидов путем возгонки нагретого в платиновом тигле исходного материала в потоке сухого фтористого водорода. Данный способ не обеспечивает получение более чистых фторидов и более однородных монокристаллов, так как кислородсодержащие соединения подвергаются фторированию и осаждаются в зоне роста. Способ не применим для получения  $MgF_2$  с высокой скоростью роста.

Наиболее близким к заявленному по технологическому процессу, по совокупности существенных признаков является способ получения оптического элемента, включающий нанесение на нагретую подложку путем вакуумного испарения предварительно прокаленного сульфида цинка.

Испарение проводят со скоростью  $0,02-0,10$  мм/ч при температуре испарения  $1000-1080^\circ C$  и температуре подложки  $650-850^\circ C$ . Подложка выполнена из поликристаллического селенида цинка. Данным способом получают конструкционный оптический элемент в виде диска с защитным слоем из сульфида цинка с высокой надежностью защиты элемента при работе в неблагоприятных погодных условиях.

Описанный технологический процесс не позволяет получить монокристаллический элемент из фторидов щелочноземельных металлов, в частности  $MgF_2$  из-за наличия большого градиента температур (до  $350^\circ C$ ).

Задачей изобретения является возможность получения монокристаллов фторида магния с повышенной прочностью и радиационной стойкостью материала, а также ориентированного в плоскости кристалла.

Такая задача решается с помощью способа, который заключается в нагревании исходного материала, его вакуумном испарении с регулируемой скоростью на нагретую подложку и в котором в отличие от прототипа в качестве исходного материала соответственно используют порошкообразный или кристаллический фторид магния, испарение проводят при температуре испарения  $1200-1300^\circ C$  со скоростью осаждения основного кристаллического вещества (роста кристалла)  $0,6-2,4$  мм/ч на подложке, нагретой до  $1100-1180^\circ C$ . При этом целесообразно использовать подложку из аморфного материала. Таким материалом может быть ткань из углеродного волокна.

Возможно решение поставленной задачи и с использованием подложки из того же кристаллического материала, что и выращиваемый кристалл с заданной ориентацией. Изготовление же подложки из аморфного материала является более простым и дешевым способом. Таким материалом может быть керамика ( $Al_2O_3$ ), аморфные металлы.

Данным способом получается особо прочный и радиационно стойкий материал за счет создания бездефектной структуры, содержащей значительно меньше примесей, в частности оксидов, фторидов, карбидов и т.п. Очистка основного вещества достигается за счет исключения примесей разной степени летучести, так как основное вещество обладает большей степенью летучести по отношению к указанным примесям.

Полученный монокристалл имеет ориентацию в плоскости (110), перпендикулярной оси роста, что достигается путем реализации наиболее выгодной с энергетической точки зрения кристаллической ори-

ентации при осаждении вещества из пара в зоне малого температурного градиента ( $\Delta T = 20-200^\circ\text{C}$ ), а также использования подложки из аморфного материала. Аморфный материал не взаимодействует с фторидом магния, не оказывает на растущий кристалл энергетического воздействия, так как отсутствуют силы дальнего порядка.

Плоскость спаянности монокристалла перпендикулярна подложке, что наиболее выгодно для ориентации кристалла относительно подложки с энергетической точки зрения.

Указанный температурный режим является оптимальным для получения монокристаллов фторида магния высокого оптического качества, ориентированного в плоскости (110). Скорость конденсации подбирается и управляется экспериментально. Температурные режимы подобраны экспериментальным путем с помощью конструкции контейнера, соответствующей установки нагревателя, экранов, термопар. При этом подложка может располагаться как в непосредственной близости от загруженного сырья, так и в максимальном удалении от него, составляющем 2,5 диаметра контейнера, что обеспечивает необходимый температурный градиент. Однако это расстояние не должно превышать указанный максимум, так как в противном случае это ведет к загрязнению основного вещества от стенок контейнера.

На фиг. 1 изображен общий вид испарительно-осадительной установки, которая содержит контейнер 1 с крышкой 2, под которой с помощью прижимного кольца 3 укреплен подложка 4. На подложке 4 образуются монокристалл 5. Исходное сырье 6 помещается на дне контейнера 1, коаксиально которому в непосредственной близости от его стенок расположен нагреватель 7. Экраны 8 окружают контейнер 1 с нагревателем 7. С наружной стороны дна контейнера 1 установлена термопара 9 для нагревания исходного материала 6, а вблизи подложки 5 в стенке контейнера 1 установлена термопара 10 для разогревания подложки 4.

На фиг. 2 изображена зависимость пропускания монокристаллического  $\text{MgF}_2$  от длины волны при различных дозах облучения. Кривые (а) и (б) — характеристики монокристалла, полученного предлагаемым способом при облучении  $1,1 \cdot 10^5$  Су и  $5,1 \cdot 10^5$  Су соответственно, а кривые (в) и (г) — характеристики монокристалла, полученного выращиванием из расплава соответственно при тех же значениях дозы облучения.

Предлагаемый способ получения монокристаллов  $\text{MgF}_2$  осуществляется следующим образом. В квазизамкнутый контейнер 1 с крышкой 2, выполненный из графита, покрытого слоем пироуглерода, загружают осколки полученного из расплава 6 фторида магния. Вблизи крышки 2 внутри контейнера с помощью прижимного кольца 3, выполненного из нейтрального материала, например, графита устанавливается подложка 4 из аморфного материала, например, ткани из углеродного волокна. При этом толщина ткани составляет 0,8–15 мм с толщиной нити 0,5–1 мм. Ткань берется пирографитизированная марки ПГТ. Заданный градиент температур создают, помещая контейнер в соответствующую область сформированного необходимым образом температурного поля путем подбора конструкции нагревателя 7 и экранов 8. Сборка помещается в герметизированную камеру, в которой создают вакуум с помощью форвакуумного и диффузионного масляных насосов. При комнатной температуре в установке достигали давления остаточных газов  $P=0,1$  Па, при температуре испарения вакуум составлял величину порядка 1–10 Па. Температурный режим задают с помощью двух термопар 9 и 10, соответственно расположенных около загруженного исходного материала 6 и подложки 4. Нагревание начинают при достижении давления  $P=0,1$  Па и продолжают в течение 8–12 часов. Длительность процесса испарения составляет 8–24 ч. При оптимальной скорости осаждения 0,6–2,4 мм/ч получают компактный диск монокристаллического  $\text{MgF}_2$  толщиной 8–25 мм. При загрузке исходного материала 1,5 кг из осколков кристалла был получен монокристаллический диск диаметром 100 мм и толщиной 10 мм.

Внешний вид монокристалла — диск диаметром 100 х 10 мм с характеристиками: плотность 3,18 г/см<sup>3</sup>; микротвердость 3,7 ГПа; прочность на изгиб 65,5 МПа; трещиностойкость ( $K_{Ic}$ ) 0,918 МПа · м<sup>1/2</sup>, что подтверждает высокое качество полученного монокристалла  $\text{MgF}_2$ .

Результаты конкретных режимов сведены в таблицу. Из приведенных в таблице примеров неоптимальными являются следующие: № 1 — температуры испарения и осаждения недостаточны для получения прочного образца; № 5 и 6 — температура испарения превышает заявленный режим при максимальной температуре подложки и превышает этот уровень, что приводит к осаждению крупноблочных образцов с нарушенной ориентацией отдельных участков; № 7 — аналог — из расплава получается про-

извольно ориентированным относительно оси роста, имеет меньшую прочность и менее радиационно-стойким, что особенно заметно по снижению коэффициента пропускания в области 220-280 мкм (см. фиг. 2). Кристаллы, полученные в оптимальном режиме по заявленному способу (примеры 2-4) обладают более высокими прочностью и радиационной стойкостью, строго ориентированы перпендикулярно оси роста.

Измерение свойства проводили в соответствии с общепринятыми методиками. Радиационную стойкость определяли, измеряя  $\tau$  образцов после облучения  $\gamma$ -из-

лучением  $^{60}\text{Co}$  в течение 6-24 ч. Коэффициент пропускания образцов определяли с помощью спектрофотометров СФ-26 и ИКС-29. Определение микротвердости и трещиностойкости проводили на микротвердомере PMT-3. Микротвердость определяли при нагрузке 1Н, трещиностойкость при 5,6Н. Прочность на изгиб контролировали методом четырехточечного изгиба на универсальной испытательной машине "Instron". Образцы для испытаний изготавливали в форме параллелепипедов. Плотность образцов определяли при помощи гидростатического взвешивания в толуоле.

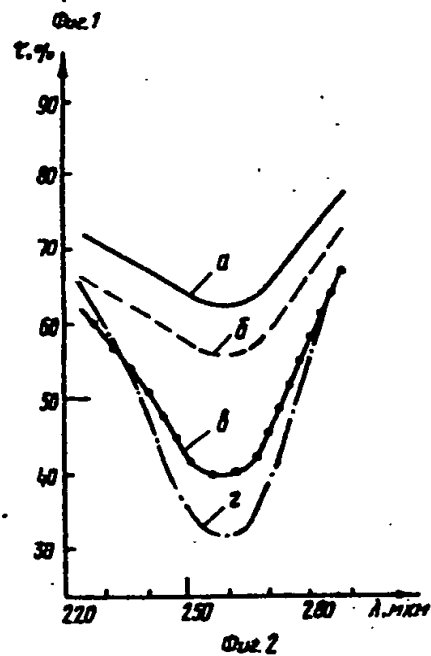
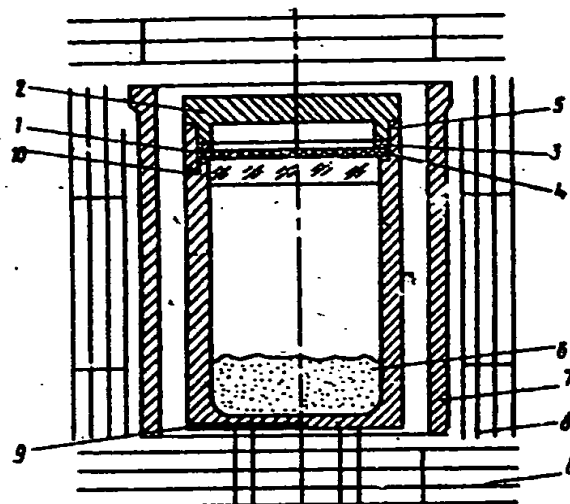
Номер примера	Т. исп., °С	Т. роста, °С подложки	Скорость осаждения, мм/ч (массоперенос, г/ч)	Структура, средний размер зерна, нм (ориентация параллельно подложке)	Прочность на изгиб МПа (ориентация плоскости)	Пропускание после облучения (d = 3 мм)	
						$1.1 \cdot 10^5 \text{ Cy}$	$5.1 \cdot 10^5 \text{ Cy}$
1	1100	1000	0.0008(0.02)	Поликристалл	~ 0.5 (-)	0	0
2	1200	1100	0.6(15)	Монокристалл (110)	5.50 (110)	25	20
3	1250	1180	1.2(30)	Монокристалл (110)	6.55 (110)	63	55
4	1300	1180	2.4(60)	Монокристалл (110)	6.50 (110) +	60	50
5	1350	1180	7.8(180)	Крупноблочный монокристалл	6.00~ (110)	60	50
6	1350	1230	6.0(150)	Крупноблочный монокристалл	5.50 ~ (110)	60	50
7	Монокристалл из расплава	1420	(7-17)	Монокристалл (-)	5.14 (110)	39	32

#### Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

1. СПОСОБ ВЫРАЩИВАНИЯ КРИСТАЛЛОВ ИЗ ПАРОВОЙ ФАЗЫ, включающий нагрев исходного материала, его вакуумное испарение с регулируемой скоростью на нагретую подложку, отличающийся тем, что в качестве исходного материала используют порошок или раздробленные кристаллы фторида магния, испарение проводят при температуре испарения 1200 - 1300°С со скоростью осаждения основного кристаллического вещества 0.6 - 2.4 мм/ч на подложке, нагретой до 1100 - 1180°С.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что осаждение основного кристаллического вещества производят на подложку, выполненную из аморфного материала.

3. Способ по п. 2, отличающийся тем, что осаждение основного кристаллического вещества производят на подложку, выполненную в виде отрезка ткани из углеродного волокна.



Редактор Г. Мельникова

Составитель В. Безбородова  
Техред М. Моргентал

Корректор А. Обручар

Заказ 672

Тираж Подписное  
НПО "Поиск" Роспатента  
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., 4/5

Производственно-издательский комбинат "Патент", г. Ужгород, ул. Гагарина, 101